



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt



(10) DE 102 51 029 A1 2004.05.19

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: 102 51 029.6

(22) Anmeldetag: 02.11.2002

(43) Offenlegungstag: 19.05.2004

(51) Int Cl.<sup>7</sup>: C01F 17/00

B01J 23/54, C09K 3/14, C08K 3/22

(71) Anmelder:

Degussa AG, 40474 Düsseldorf, DE

(72) Erfinder:

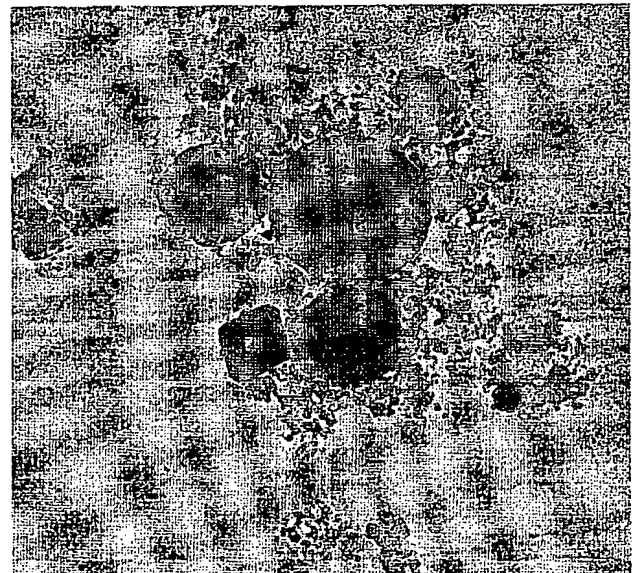
Katusic, Stipan, 65779 Kelkheim, DE; Michael, Günther, Dr., 63791 Karlstein, DE; Miess, Horst, 63796 Kahl, DE; Scholz, Mario, Dr., 63584 Gründau, DE; Kunzmann, Kurt, 63543 Neuberg, DE; Albers, Peter, Dr., 63454 Hanau, DE

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Pyrogen hergestelltes Ceroxid**

(57) Zusammenfassung: Pyrogen hergestelltes Ceroxidpulver mit einem Grobanteil aus kristallinen, nicht aggregierten Partikeln mit einem mittleren Durchmesser zwischen 30 und 200 nm, einem Feinanteil in Form von Aggregaten aus feinkristallinen, verwachsenen Primärpartikeln mit einem mittleren Aggregatdurchmesser von 5 bis 50 nm und einer BET-Oberfläche von 15 bis 200 m<sup>2</sup>/g. Es wird hergestellt, indem man mindestens eine Verbindung, welche oxidativ in Ceroxid überführt werden kann, in eine Flamme einspeist, welche aus einem wasserstoffhaltigen Brenngas, bevorzugt Wasserstoff, und einem Überschuss an Luft bzw. einem Luft/Sauerstoffgemisch erzeugt wird, und dort zur Reaktion bringt. Das Ceroxidpulver kann als Poliermittel in der Elektronikindustrie eingesetzt werden.



50 nm

in Isopropanol dispergiert; aufgetrocknet

**BEST AVAILABLE COPY**

## Beschreibung

[0001] Gegenstand der Erfindung ist pyrogen hergestelltes Ceroxid, dessen Herstellung und Verwendung.  
 [0002] Ceroxid als Bestandteil von Dispersionen wird seit langem zum Polieren, beispielsweise von Glas eingesetzt. Erhalten werden kann dieses Ceroxid durch Calcinierung einer Cerverbindung und anschließendes Vermahlen des Oxides. Die erreichbaren Partikelgrößen liegen in der Regel bei mehr als 1000 nm und einen relativ hohen Anteil an Verunreinigungen auf. Sie sind geeignet für ein grobes Polieren von Oberflächen, nicht jedoch für das Polieren von empfindlichen optischen Oberflächen, Halbleitersubstraten oder integrierten Schaltkreisen (Chemisch-Mechanisches Polieren, CMP).

[0003] Aus WO 01/36332 ist die Herstellung von Ceroxidpartikeln, die zum Polieren dieser Oberflächen besonders geeignet sein sollen, bekannt. Die Ceroxidpartikel werden in einer Hochtemperatur-Reaktionszone, gewöhnlich einer Flamme, durch Oxidation von Cersalz-Lösungen, die in Form feiner Tröpfchen mit einer Tröpfchengröße von höchstens 100 µm der Reaktionszone zugeführt werden, hergestellt werden. Auf diese Weise werden Aggregate erhalten die weitestgehend aus annähernd sphärischen Primärpartikeln bestehen. Wenigstens einige dieser Aggregate weisen eine cenosphärische Struktur mit einer Aggregatgröße von 1 bis 20 µm auf. Daneben kann die Ceroxidzusammensetzung auch aciniforme (traubenförmige) Aggregate mit einem durchschnittlichen Aggregatdurchmesser von wenig als 500 nm enthalten. Bevorzugt ist eine Ceroxidzusammensetzung bei der die cenosphärischen Aggregate überwiegen.

[0004] Nachteilig an dieser Ceroxidzusammensetzung ist, dass die cenosphärischen Aggregate instabil und bröckelig sind, und daher bei Anwendungen bei denen Energie aufgebracht werden muß, zum Beispiel Scherenergie, während des Einarbeitens in Dispersionen, ungeordnet zerfallen können. Daher kommt der besonderen Struktur dieser Aggregate wenig oder keine Wirkung zu. Ferner führen die nach dem Dispergieren erhaltenen Fragmente zu einer nicht gewünschten, uneinheitlichen, nicht vorherbestimmbaren Partikelgrößenverteilung in der Dispersion.

[0005] Beim Einsatz der in WO 01/36662 beschriebenen Ceroxidzusammensetzung, etwa in Dispersionen zum chemisch-mechanischen Polieren von Metalloberflächen, sind also gegenüber Dispersionen, bei denen das Ceroxid durch einen nass-chemischen Weg erhalten wurde, keine Vorteile zu erwarten.

[0006] EP-A-1142830 beschreibt nanoskalige Oxide, unter anderem Ceroxid, mit einer BET-Oberfläche zwischen 1 und 600 m<sup>2</sup>/g, die einen Gesamtchloridgehalt von weniger als 0,05 Gew.-% aufweisen und deren Herstellverfahren. Nachteilig bei diesem Verfahren ist, dass so hergestelltes Ceroxidpulver, je nach Reaktionsbedingungen, zu völlig unterschiedlichen Ceroxidmodifikationen mit unterschiedlichen physikalischen Parametern in nicht vorherbestimmbaren Mengenverhältnissen führt. Speziell bei der Verwendung des Ceroxides als Poliermittel für empfindliche Oberflächen ist dies unerwünscht.

[0007] Aufgabe der Erfindung ist es ein Ceroxidpulver bereitzustellen, welches zum Polieren empfindlicher Oberflächen geeignet ist und welches die Nachteile des Standes der Technik vermeidet. Insbesondere soll das Ceroxidpulver nur geringe Verunreinigungen aufweisen.

[0008] Gegenstand der Erfindung ist ein pyrogen hergestelltes Ceroxidpulver, welches dadurch gekennzeichnet, dass es

- einen Grobanteil aus kristallinen, nicht aggregierten Partikeln mit einem mittleren Durchmesser zwischen 30 und 200 nm,
- einen Feinanteil in Form von Aggregaten aus feinkristallinen, verwachsenen Primärpartikeln mit einem mittleren Aggregatdurchmesser von 5 bis 50 nm,
- und eine BET-Oberfläche von 15 bis 200 m<sup>2</sup>/g aufweist.

[0009] Unter pyrogen ist die Oxidation einer Cerverbindung in einer Flamme, erzeugt durch die Reaktion eines wasserstoffhaltigen Brenngases, bevorzugt Wasserstoff, und einem Überschuss eines freien Sauerstoff enthaltenden Gases, bevorzugt Luft, zu verstehen.

[0010] Unter Primärpartikel werden im Sinne der Erfindung Partikel verstanden, die zunächst in der Reaktion gebildet, im weiteren Reaktionsverlauf zu Aggregaten zusammenwachsen können. Unter Aggregat im Sinne der Erfindung sind miteinander verwachsene Primärpartikel ähnlicher Struktur und Größe zu verstehen, deren Oberfläche kleiner ist, als die Summe der einzelnen, isolierten Primärpartikel. Diese Aggregate bilden den Feinanteil des erfindungsgemäßen Ceroxidpulvers.

[0011] Der Grobanteil des erfindungsgemäßen Ceroxidpulvers besteht aus nichtaggregierten, isolierten Partikeln, die mit einem mittleren Durchmesser von bis zu 200 nm deutlich größer sind, als die Primärpartikel aus denen die Aggregate des Feinanteils bestehen.

[0012] In bevorzugten Ausführungsformen kann der mittlere Durchmesser der Partikel des Grobanteils zwischen 20 und 100 nm, der mittlere Aggregatdurchmesser des Feinanteiles zwischen 5 und 15 nm und die BET-Oberfläche zwischen 20 und 80 m<sup>2</sup>/g liegen.

[0013] Die Partikel des Grobanteils können Aufwachsungen feiner Kristallite zeigen.

[0014] Die Partikel des Grobanteils können ferner in Form von annähernd sphärischen Partikeln, annähernd

kubischen Partikeln oder Mischungen aus beiden Modifikationen vorliegen.

[0015] Die Modifikationen des Grobanteils selbst können als einkristalline Partikel oder polykristalline Partikel vorliegen.

[0016] In einer bevorzugten Ausführungsform können die Partikeldurchmesser des Grobanteils einen Bereich, ausgedrückt als 90%-Spanne der Gewichtsverteilung, zwischen 20 und 120 nm umfassen.

[0017] Weiterhin können die Aggregatdurchmesser des Feinanteils einen Bereich, ausgedrückt als 90%-Spanne der Gewichtsverteilung, zwischen 2 und 20 nm umfassen.

[0018] Das Verhältnis von Grobanteil/Feinanteil kann im erfindungsgemäßen Ceroxidpulver über einen weiten Bereich von 5:95 bis 95:5 variieren. Besonders bevorzugt kann der Bereich von 60:40 bis 80:20 sein.

[0019] In einer bevorzugten Ausführungsform kann das erfindungsgemäße Ceroxidpulver eine Sauerstoffkonzentration an der Oberfläche aufweisen, die wenigstens 30% des Gesamtsauerstoffes beträgt. Diese Sauerstoffkonzentration ist ein Maß für Hydroxylgruppendichte in Form von Ce-OH und/oder Ce-OH<sub>2</sub>-Einheiten. Die Sauerstoffkonzentration wird bestimmt durch XPS-Analyse der Sauerstoffsignale O 1s mit Signalmaxima bei 533 bis 535 eV und 534 bis 535 eV.

[0020] In einer bevorzugten Ausführungsform kann das erfindungsgemäße Ceroxidpulver eine elektrische Aufladung aufweisen, die kleiner 5 eV ist. Dies kann wichtig für die weitere Verarbeitung sein.

[0021] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man mindestens eine Verbindung, welche oxidativ in Ceroxid überführt werden kann, als Lösung oder Dispersion, in Form feiner, mittels einer Zerstäubereinheit erhaltenen Flüssigkeitströpfchen mit einem Tröpfchendurchmesser von weniger als 200 µm, gegebenenfalls zusammen mit einem inerten oder reaktiven Gas, in eine Flamme einspeist, welche aus einem wasserstoffhaltigen Brenngas, bevorzugt Wasserstoff, und einem Überschuss an Luft bzw. einem Luft/Sauerstoffgemisch erzeugt wird, dieses Gemisch in einen Reaktionsraum überführt und dort zur Reaktion bringt, anschliessend das Reaktionsgemisch abkühlt und den Feststoff abtrennt, wobei

- die Austrittsgeschwindigkeit der Flüssigkeitströpfchen aus der Zerstäubereinheit in den Reaktionsraum größer als 70 m/s ist, und
- die Geschwindigkeit des Reaktionsgemisches im Reaktionsraum zwischen 0,5 und 2 m/s ist, und
- die Flamme einen Sauerstoffüberschuss, ausgedrückt als Lambda-Wert, von mindestens 1,6 aufweist.

[0022] Als reaktives Gas kann Sauerstoff, Wasserstoff, Methan oder Propan verwendet werden. Als inertes Gas kann bevorzugt Stickstoff verwendet werden.

[0023] Die Lösung der Verbindungen, die oxidativ in Ceroxid umgewandelt werden können, kann mit einem Druck von 1 bis 1000 bar, bevorzugt zwischen 2 und 100 bar, zugeführt werden.

[0024] Die Zerstäubung dieser Lösungen kann mittels Ultraschallvernebler oder mindestens einer Zweistoffdüse durchgeführt werden. Die Zweistoffdüse kann bei Drücken bis zu 100 bar eingesetzt werden.

[0025] Die Tropfenerzeugung kann durch Verwendung einer oder mehrerer Zweistoffdüsen erfolgen. Bei Verwendung einer Zweistoffdüse ergibt sich der Vorteil, dass die Tropfen mit einem Gasstrahl erzeugt werden. Dieser Gasstrahl kann beispielsweise Sauerstoff enthalten. Dadurch kann eine sehr intensive Vermischung des Oxidationsmittels mit der Cerenthaltenden Verbindung erreicht werden.

[0026] Das erfindungsgemäße Verfahren kann so ausgeführt werden, dass der Zerstäubereinheit ein Tröpfchenabscheider nachgeschaltet ist.

[0027] Das erfindungsgemäße Verfahren kann weiterhin so ausgeführt werden, dass die Abkühlung des Reaktionsgemisches durch Einbringen von Wasserdampf an einer oder mehreren Stellen in den Reaktionsraum erfolgt.

[0028] Weiterhin kann die Verweilzeit des Reaktionsgemisches im Reaktionsraum zwischen 1 und 10 Sekunden liegen.

[0029] Die Temperatur des Reaktionsgemisches im Reaktionsraum, 0,5 m unterhalb der Flamme, kann bevorzugterweise zwischen 970 und 750°C liegen.

[0030] Als Verbindungen, die oxidativ in Ceroxid überführt werden können, können Ceralkoxide, Ceracetat, Ceracetylacetonat, Ceroxalat, Cernitrat, Cerchlorid, Cerperchlorat, Cersulfate und Mischungen hiervon eingesetzt werden. Besonders bevorzugt sind Cernitrat und Ceracetat.

[0031] Die Verbindungen können als wässrige, wässrig/organische oder organische Lösungen mit einem von 5 bis 60 Gew.-% vorliegen. Besonders bevorzugt können Methanol, Ethanol oder Propanol als organische Lösungsmittel eingesetzt werden.

[0032] Das erfindungsgemäße Ceroxidpulver kann als Poliermittel in der Elektronikindustrie, zur Hitzestabilisierung von Silikonkautschuk, sowie als Katalysator verwendet werden.

[0033] Die Vorteile des erfindungsgemäßen Ceroxidpulvers liegen in dessen guter und reproduzierbarer Dispergierbarkeit. Aufgrund des Herstellprozesses ist die Herstellung eines massgeschneiderten Ceroxidpulvers mit definiertem Grob/Feinanteil und BET-Oberfläche möglich. Damit kann beispielsweise bei der Verwendung als Poliermittel ein auf die jeweilige Polieraufgabe abgestimmtes Partikelpulver erhalten werden. Ferner ist der

Anteil der Verunreinigungen besonders niedrig.

#### Beispiele

[0034] Die BET-Oberfläche wird bestimmt nach DIN 66131.

[0035] Die TEM-Aufnahmen werden mit einem Hitachi TEM-Gerät, Typ H-75000-2 erhalten. Mittels CCD-Kamera des TEM-Gerätes und anschließender Bildanalyse werden der Grob- und Feinanteil der erfindungsgemäßen Ceroxidpulvers ausgewertet.

[0036] Die Oberflächenkonzentration von Sauerstoff wird durch großflächige ( $1 \text{ cm}^2$ ) XPS-Analyse (XPS = Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie), sowohl im Originalzustand, wie auch nach 30 minütiger Oberflächenerosion durch Ionenbeschuss (5 keV Argonionen) ermittelt. Feinstrukturen der Sauerstoffsignale werden durch Gauß/Lorentz-Kurvenzerlegungen für Sauerstoff ermittelt.

[0037] Die elektrische Aufladung wird durch XPS-Röntgen-Photoelektronenspektroskopie bestimmt. Mittels XPS läßt sich an einer Pulverschüttung berührungslos und artefaktfrei die elektrische Aufladung quantitativ bestimmen.

[0038] Der Lambda-Wert beschreibt das Verhältnis von zugeführtem Sauerstoff zum stöchiometrisch benötigten Sauerstoff. Einzelheiten zur Berechnung sind beispielsweise in EP-A-855368 gegeben.

#### Beispiel 1

[0039] Die Reaktion kann in der in EP-A-1142830 beschriebenen Anordnung durchgeführt werden.

[0040] 0,25 kg/h einer 10 prozentigen, wässrigen Cer(III)-nitratlösung werden unter Stickstoffdruck ( $1,5 \text{ m}^3/\text{h}$ ) mit Hilfe einer Düse in den Reaktionsraum verstäubt. Hier brennt eine Knallgasflamme aus Wasserstoff ( $1,5 \text{ m}^3/\text{h}$ ) und Luft (Primär- und Sekundärluft insg.  $4,0 \text{ m}^3/\text{h}$ ). Die Temperatur 0,5 m unterhalb der Flamme beträgt ca.  $860^\circ\text{C}$ .

[0041] Lambda-Werte, Austrittsgeschwindigkeiten, Geschwindigkeit im Reaktionsraum und die Verweilzeit sind Tab. 1 zu entnehmen.

[0042] Physikalisch-chemische Werte des erhaltenen Ceroxidpulvers finden sich in Tab. 2.

[0043] Die Beispiele 2 und 3 wurden analog Beispiel 1 durchgeführt. Bei den Beispielen 4 und 5 wurde zusätzlich 1 kg/h Wasserdampf in den Reaktionsraum eingespeist.

[0044] Die jeweiligen Reaktionsparameter sind Tab. 1, die physikalisch-chemische Werte der erhaltenen Ceroxidpulver sind Tab. 2 zu entnehmen.

[0045] **Abb. 1** zeigt eine TEM-Aufnahme der erfindungsgemäßen Ceroxidpartikel aus Beispiel 5 (**Abb. 1**). Es ist deutlich der Grob- und Feinanteil des Ceroxidpulvers zu erkennen.

**Tabelle 1****Verfahrensparameter bei der Herstellung des erfindungsgemäßen Ceroxidpulvers**

		Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3	Beispiel 4	Beispiel 5
<b>Ausgangssubstanz</b>		Ce(III)- nitrat	Ce(III)- nitrat	Ce(II)- acetat	Ce(III)- nitrat	Ce(III)- nitrat
Konzentration	Gew.-%	10	12	20	15	15 **
Tropfengröße* X <sub>90</sub>	µm	68,71	68,71	52,38	84,76	84,76
Massenstrom	kg/h	0,25	0,4	0,4	1,76	1,3
<b>Gasvolumenströme</b>						
Wasserstoff	m <sup>3</sup> /h	1,5	1,6	1,8	4,73	4,44
Luft	m <sup>3</sup> /h	4,0	3,8	3,6	32	30
Zerstäubergas (N <sub>2</sub> )	m <sup>3</sup> /h	1,5	2	2	4	4
Wasserdampf	kg/h	0	0	0	1	1
Temperatur Oben	°C	864	850	967	762	751
<b>Reaktionsparameter berechnet</b>						
Lambda		1,79	2,02	2,08	2,83	2,82
Austritts- geschwindigkeit	ms <sup>-1</sup>	71,58	97	96,04	259,46	259,46
Geschwindigkeit in Reaktionsraum	ms <sup>-1</sup>	0,56	0,62	0,72	0,47	0,47
Verweilzeit	s	1,8	1,6	1,4	4,2	4,2

\*Düsendurchmesser: Bspl. 1, 2, 3: 0,8 mm; Bspl. 4, 5: 1,0 mm;

\*\*+10 Gew.-% Methanol

**Tabelle 2****Physikalisch-chemische Daten der erfindungsgemäßen Ceroxidpulver**

	Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3	Beispiel 4	Beispiel 5
BET-Oberfläche	m <sup>2</sup> /g	77	25	20	19
Feinanteil/Grobanteil	80:20	95:5	35:75	30:70	26:74
Anzahl gemessener	3280	4356	2754	4186	4186
Aggregate Feinanteil	2560	4129	963	1256	1110
Partikel Grobanteil	640	227	1790	2930	3076
Feinanteil Aggregatdurchm.					
Mittel	nm	15,04	12,48	16,82	5,12
90%-Spanne	nm	6,37-17,13	4,30-19,94	7,71-18,69	2,17-9,04
Grobanteil Teilchendurchm.					
Mittel	nm	30,17	25,92	37,12	85,02
90%-Spanne	nm	23,40-66,71	20,81-62,64	35,28-54,18	82,31-108,45
Sauerstoffgehalt Oberfläche	%	37,2	33,4	31,0	35,0
Aufladung	eV	1,5	1,8	0,8	0,3
Spezifische Dichte	g/cm <sup>3</sup>	6,13	6,03	6,67	6,64

**Patentansprüche**

1. Pyrogen hergestelltes Ceroxidpulver, **dadurch gekennzeichnet**, dass es

- einen Grobanteil aus kristallinen, nicht aggregierten Partikeln mit einem mittleren Durchmesser zwischen 30 und 200 nm,
- einen Feinanteil in Form von Aggregaten aus feinkristallinen, verwachsenen Primärpartikeln mit einem mittleren Aggregatdurchmesser von 5 bis 50 nm,
- und eine BET-Oberfläche von 15 bis 200 m<sup>2</sup>/g aufweist.

2. Pyrogen hergestelltes Ceroxid nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Grobanteil in Form von annähernd sphärischen Partikeln, annähernd kubischen Partikeln oder Mischungen hiervon besteht.

3. Pyrogen hergestelltes Ceroxid nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Grobanteil aus einkristallinen Partikeln oder polykristallinen Partikeln besteht.

4. Pyrogen hergestelltes Ceroxid nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Bereich der Partikeldurchmesser des Grobanteils, ausgedrückt als 90%-Spanne der Gewichtsverteilung, zwischen 20 und 120 nm liegt.

5. Pyrogen hergestelltes Ceroxid nach den Ansprüchen 1 bis 4 dadurch gekennzeichnet, dass der Bereich der Aggregatdurchmesser des Feinanteils, ausgedrückt als 90%-Spanne der Gewichtsverteilung, zwischen 2 und 20 nm liegt.

6. Pyrogen hergestelltes Ceroxid nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis Grobanteil/Feinanteil von 5:95 bis 95:5 liegt.

7. Pyrogen hergestelltes Ceroxid nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Sauerstoffkonzentration an der Oberfläche wenigstens 30% des Gesamtsauerstoffes beträgt.

8. Pyrogen hergestelltes Ceroxid nach den Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die elektrische Aufladung kleiner 5 eV ist.

9. Verfahren zur Herstellung des pyrogenen Ceroxidpulvers gemäß den Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass man mindestens eine Verbindung, welche oxidativ in Ceroxid überführt werden kann, als Lösung oder Dispersion, in Form feiner, mittels einer Zerstäubereinheit erhaltenen, Flüssigkeitströpfchen mit einem Tröpfchendurchmesser von weniger als 200 µm, gegebenenfalls zusammen mit einem inerten oder reaktiven Gas, in eine Flamme einspeist, welche aus einem wasserstoffhaltigen Brenngas, bevorzugt Wasserstoff, und einem Überschuss an Luft bzw. einem Luft/Sauerstoffgemisch erzeugt wird, dieses Gemisch in einen Reaktionsraum überführt und dort zur Reaktion bringt, anschliessend das Reaktionsgemisch abkühlt und den Feststoff abtrennt, wobei

- die Austrittsgeschwindigkeit der Flüssigkeitströpfchen aus der Zerstäubereinheit in den Reaktionsraum größer als 70 m/s ist, und
- die Geschwindigkeit des Reaktionsgemisches im Reaktionsraum zwischen 0,5 und 2 m/s ist, und
- die Flamme einen Sauerstoffüberschuss, ausgedrückt als Lambda-Wert, von mindestens 1,6 aufweist.

10. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass der Zerstäubereinheit ein Tröpfchenabscheider nachgeschaltet ist.

11. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Abkühlung des Reaktionsgemisch durch Einbringen von Wasserdampf an einer oder mehreren Stellen in den Reaktionsraum erfolgt.

12. Verfahren nach den Ansprüchen 10 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweilzeit des Reaktionsgemisches im Reaktionsraum zwischen 1 und 10 Sekunden liegt.

13. Verfahren nach den Ansprüchen 10 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur des Reaktionsgemisches im Reaktionsraum, 0,5 m unterhalb der Flamme, zwischen 970 und 750°C liegt.

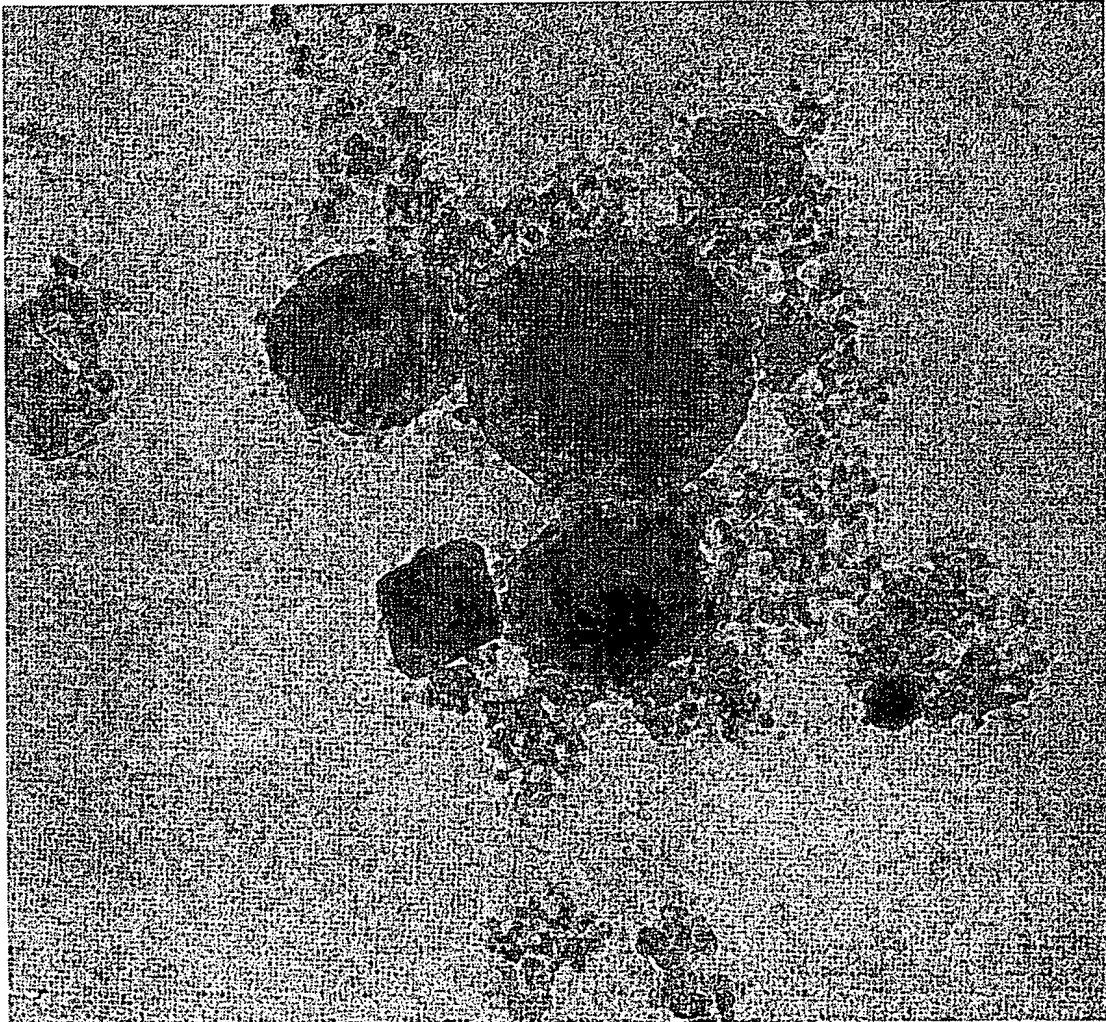
14. Verfahren nach den Ansprüchen 10 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass als Verbindung, welche oxidativ in Ceroxid überführt werden kann, Ceralkoxide, Ceracetat, Ceracetylacetonat, Ceroxalat, Cernitrat, Cerchlorid, Cerperchlorat, Cersulfate und Mischungen hiervon eingesetzt werden.

15. Verfahren nach den Ansprüchen 10 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung, welche oxidativ in Ceroxid überführt werden kann als wässrige, wässrig/organische oder organische Lösung mit einem

Gehalt in der Lösung von 60 Gew.-% vorliegt.

16. Verwendung des pyrogen hergestellten Ceroxides gemäß der Ansprüche 1 bis 9 als Poliermittel in der Elektronikindustrie, zur Hitzestabilisierung von Silikonkautschuk, als Katalysator.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen



50 nm

in Isopropanol dispergiert; aufgetrocknet